

объектов можно пренебречь.

Для оценки влияния белков на экстракцию красителя E122 в качестве объектов анализа применяли молоко, кефир (1,5 % жирности, производство Россошанского молококомбината) и белковый крем из пирожного «Арлекин» (производство «Робин Сдобин», Воронеж). К 9 г кефира или молока добавляли 1 см³ водного раствора красителя E122 с концентрацией 1 мг/см³. К пробе крема (масса 1 г) добавляли 1 см³ водного раствора красителя с концентрацией 1 мг/см³ и 8 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивали до образования однородной массы. К 5 см³ полученной эмульсии добавляли сульфат аммония до насыщения и 5 см³ ацетона. Смесь перемешивали на вибросмесителе и центрифугировали до выделения растворителя. При этом получалась трехфазная система: сыворотка – протеино-липидный слой – водно-органический раствор (экстракт красителя). Содержание красителя E122 в экстракте определяли фотометрически (КФК-2МП) по собственной окраске раствора. Молочные белки способны удерживать в продукте до 70 % красителей, при этом извлечь краситель E122 из белкового крема сложно (степень извлечения 30 %).

Окрашенные пробы кефира и молока хранили при температуре +4 °С в течение двух недель. Установлено, что в свежем молоке (кефире) удерживается до 25 (30) % красителя E122, в продукте с истекшим сроком годности или при порче в результате более длительного хранения – 60 (70) %.

Работа выполнена в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» (з/к № П2264 от 13.11.2009).

УЛЬТРАЗВУКОВОЕ РАЗЛОЖЕНИЕ ПРОБЫ ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ МЫШЬЯКА В СТАЛИ В ВИДЕ ЛЕТУЧИХ ГИДРИДОВ

Сидоренко Е.К., Смирнова Е.В., Ермолаева Т.Н.

Липецкий государственный технический университет

398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Пробоподготовка является наиболее продолжительной стадией химического анализа. В частности, при переведении пробы в раствор необходимо сократить продолжительность вскрытия пробы, исключив потери определяемых веществ в виде летучих соединений. Поэтому в настоящее время получили развитие приемы, позволяющие интенсифицировать процесс перевода пробы в раствор, используя ультразвуковое

и микроволновое излучения. Рассмотрено использование ультразвукового излучения для вскрытия проб сталей 08Ю.

Наиболее часто в виде летучих гидридов методом атомно-абсорбционного анализа определяют селен, свинец, олово, сурьму, висмут и мышьяк. Возможность сочетания ультразвукового вскрытия пробы с атомно-абсорбционным анализом рассмотрено на примере определения мышьяка. Мышьяк относится к вредным примесям и уже при содержании 0,04 % элемента способствует возникновению красномолочности металла.

В работе использовали ультразвуковую ванну «Сапфир» (совместное производство России и США) с рабочей частотой 35 кГц и напряжением 220 В. Навеску пробы стали 08Ю массой 0,5 г помещали в коническую колбу объёмом 100 мл, добавляли 40 мл соляной кислоты (1:1) и помещали в ультразвуковую ванну. Параллельно в тех же условиях осуществляли разложение ГСО С2д (марка Ст0) с аттестованным содержанием мышьяка 0,0026 %. Полное разложение образцов наблюдается при температуре 75 °С в течение 30 мин (2 часа в стандартном способе пробоподготовки). Кроме того, переводение пробы в раствор при относительно низкой температуре и исключение из системы окислителей, позволяет соответственно избежать потери мышьяка в виде летучего хлорида мышьяка (III) и окисления мышьяка (III) до мышьяка (V), что значительно повышает правильность гидридного атомно-абсорбционного анализа. Содержание мышьяка определяли на атомно-абсорбционном спектрометре «SpectrAA-220» в сочетании с системой непрерывной генерации гидридов «VGA – 77» фирмы «Varian» (Австралия). Изучено влияние матричных компонентов стали и концентрации восстановителя (борогидрид натрия, NaBH_4) на образование летучего гидрида мышьяка (III). Установлено, что оптимальная концентрация NaBH_4 составляет 0,3 %. Восстановитель стабилизировали 0,5 % раствором гидроксида натрия. Экспериментально установленное время, достаточное для образования водорода, формирования гидрида мышьяка (III), отделения его от материнского раствора и попадания в атомизатор – 60 с.

Концентрацию аналита в сталях определяли по градуировочному графику с применением растворов сравнения. Результаты определения мышьяка по разработанной методике сопоставляли с данными, полученными стандартным экстракционно-фотометрическим методом. Статистическая обработка результатов анализа ГСО, данных анализа альтернативным методом и с использованием разработанной методики не выявила систематической погрешности. Методика определения мышьяка гидридным атомно-абсорбционным методом после ультразвуковой

пропоподготовки может быть рекомендована для лабораторий металлургических предприятий.

КОМПЛЕКСНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ МЕДИ(II) С 1,2-ДИГИРОКСИАНТРАХИНОНАМИ

Леконцева А.А., Кропачева Т.Н.

Удмуртский государственный университет
426034, г. Ижевск, ул. Университетская, д. 1, корп. 1

Комплексные соединения меди (II) с ализарином (1,2-дигидрокси-9,10-антрахинон) и ализарином S (натриевая соль 1,2-дигидрокси-9,10-анирахинон-3-сульфокислоты) представляют значительный интерес для разработки новых спектрофотометрических и вольтамперометрических методов определения меди. Однако, литературные данные по составу, устойчивости и электрохимическому поведению этих комплексных соединений немногочисленны. В связи с этим, в настоящей работе нами было детально исследовано комплексообразование меди(II) с указанными хинонами в водных растворах и в апротонных органических растворителях. Спектрофотометрическим методом было установлено, что во всех средах образуются комплексы мольного состава 1:2 (медь(II): хинон). Для водных растворов константа устойчивости комплекса меди(II) с ализарином S состава $\text{Cu}(\text{HL})_2^{2-}$ составляет $\lg K = 11,8$ ($\text{Cu}(\text{HL})_2^{2-} = \text{Cu}^{2+} + 2\text{HL}^-$, где H_2L^- анион ализарина S).

Электрохимические характеристики системы ализарин-медь(II) были исследованы в неводных средах методом циклической вольтамперометрии (ЦВА) на платиновом электроде. Было установлено, что ализарин в апротонных растворителях подвергается ступенчатому двух-электронному восстановлению. Наличие внутримолекулярной водородной связи в ализарине приводит к анодному смещению потенциалов восстановления (по сравнению с антрахиноном) и к необратимости первой стадии восстановления. Электрохимические свойства комплекса меди(II) с ализарином были исследованы двумя методами: 1) непосредственным добавлением соли меди (II) к неводному раствору ализарина; 2) предварительным синтезом и выделением твердого препарата ализарата меди (II) с последующим его растворением. Было установлено, что восстановление связанного в комплекс ализарина протекает обратимо, в отличие от свободного ализарина. Ионы меди(II) в составе ализаринового комплекса электрохимически активны; на анодной ветви ЦВА наблюдается острый интенсивный пик, связанный с окислением электроосажденной из комплекса меди. Таким образом, полученные резуль-